Helsinki 30.3.2004

ETUOIKEUSTODISTUS PRIORITY DOCUMENT

Hakija Applicant

Outokumpu Oyj

Espoo

Patenttihakemus nro Patent application no

20030380

Tekemispäivä Filing date

14.03.2003

Kansainvälinen luokka International class

B03B

Keksinnön nimitys Title of invention

"Menetelmä prosessin säätämiseksi"

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 0 8 APR 2004

VHPO PCT

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä ja patenttivaatimuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description and claims originally filed with the Finnish Patent Office.

> Marketta Tehikoski Apulaistarkastaja

Maksu

50 €

50 EUR Fee

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.

-54.0

Osoite:

Arkadiankatu 6 A P.O.Box 1160

Puhelin:

09 6939 500

Telephone: + 358 9 6939 500

Telefax: 09 6939 5328

FIN-00101 Helsinki, FINLAND

Telefax: + 358 9 6939 5328

MENETELMÄ PROSESSIN SÄÄTÄMISEKSI

5

10

15

20

25

30

Keksintö kohdistuu menetelmään hapen osapaineen säätämiseksi erotettaessa mineraaleja toisistaan arvomineraaleja sisältävästä lietteestä prosessin eri osavaiheissa. Hapen osapainetta säädetään kierrättämällä prosessiin tai prosessin eri osavaiheisiin johdettavaa kaasua.

Murskauksen ja jauhatuksen jälkeen malmin eri mineraalit erotetaan prosessin eri osavaiheissa, kuten vaahdotuksessa, sakeutuksessa ja suodatuksessa käsiteltävästä lietteestä mahdollisimman selektiivisesti toisistaan. Prosessin kannalta on tärkeää, että eri mineraalien pinnan hapettumistaso eli mineraalien sähkökemiallinen potentiaali on säädetty ilman sisältämän hapen ja kemikaalien avulla siten, että vaahdotettavat mineraalit tehdään pinnoiltaan hydrofobiseksi ja vastaavasti painettavat mineraalit hydrofiiliseksi. Mineraalien ylihapettaminen aiheuttaa epäselektiivisyyttä ja heikentynyttä saantia sekä kohonneita kemikaalikustannuksia.

On tunnettua, että prosessin eri osavaiheisiin johdettavan ilman sisältämä happi on suurin mineraalipintojen hapettumiseen vaikuttava tekijä. Esimerkiksi vaahdotuksessa käytetään normaalisti ilmaa vaahdotuskaasuna ja siten liuenneen hapen määrä on lähinnä kylläinen, kun lasketaan hapen määrää ilman sisältämän 21 %:n perusteella. On myös tunnettua, että eräs merkittävimmistä syistä vaahdotusta seuraavien osaprosessien, sakeutuksen ja suodatuksen, epätyydyttävään toimintaan on käsiteltävän lietteen hapetuspelkistysolosuhteiden hallinnan puute.

US-patentissa 6044978 on kuvattu menetelmä kuparin, nikkelin ja platinaryhmän metallien (PGM) talteenottamiseksi niitä sisältävistä sulfidisista malmeista. Menetelmässä reagenssivalmennus tapahtuu tavanomaisesti, mutta lietteen jatkovalmennus suoritetaan ei-hapettavan kaasun kuten typen läsnäollessa. Vaahdotusvaiheet suoritetaan normaalisti ilmalla tai ainakin kaasulla, jonka happipitoisuus on suurempi kuin vaahdotusta edeltävässä

valmennuksessa käytetyn kaasun. US-patentin 6044978 mukaan eihapettavan kaasun käytöllä parannetaan sulfidimineraalien erottumista muusta malmista.

- Typen tai muiden ei-hapettavien kaasujen kuten hiilidioksidin, metaanin, etaanin, propaanin tai rikkidioksidin käyttö ei välttämättä kuitenkaan ole taloudellista. Esimerkiksi typen tai hiilivetyjen käyttö vaatii vastaavan tehtaan rakentamista rikastamon yhteyteen.
- 10 Keksinnön tarkoituksena on poistaa tekniikan tason mukaisia haittapuolia ja aikaansaada entistä parempi menetelmä mineraalien erottamisessa toisistaan arvomineraaleja sisältävästä lietteestä tapahtuvan prosessin ohjaamiseksi säätämällä prosessiin syötettävän kaasun hapen osapainetta siten, että kierrätetään prosessin eri osavaiheisiin syötettäviä kaasuja. Keksinnön olennaiset tunnusmerkit selviävät oheisista patenttivaatimuksista.

Esillä olevan keksinnön mukaisesti säädetään hapen osapainetta mineraalien erottamiseksi toisistaan arvomineraaleja sisältävän lietteen käsittelyn eri vaiheissa kierrättämällä toisiaan seuraaviin osavaiheisiin vaahdotukseen, sakeutukseen ja suodatukseen, johdettavaa kaasua. Osa hapesta kuluu mineraalien pintojen hapetusreaktioihin, ja kun käsittelystä poistuvaa kaasua kierrätetään, kaasun typpipitoisuus kasvaa ja kierrätyskaasun avulla voidaan säätää mineraalipintojen potentiaalia. Rikastusprosessissa esimerkiksi rikkiyhdisteet ja kemikaalit kuluttavat happea ja atmosfäärin happipitoisuus alenee, kun samaa kaasua käytetään uudelleen. Prosessin tarvitsemaa lisähappea syötetään esimerkiksi ilman, hapen tai happirikastetun kaasun muodossa mineraalien hapetusvaatimusten mukaan. Lisähappi voidaan syöttää myös siten, että osa lisähapesta on otsonia tai klooria.

20

25

Keksinnön kohteena olevan menetelmän mukaisessa prosessissa olennaisesti kaikki soveltuvat vaiheet kuten jauhatus, pumppaukset, valmennus- ja vaahdotusvaiheet sekä sakeutus että suodatus suljetaan kiertokaasuatmo-

sfääriin. Näin vältetään ylimääräinen mineraalien hapettuminen kaikissa prosessivaiheissa. Esimerkiksi pumppukaivot toimivat avoimena ollessaan mineraalilietteen hapettajina ja siksi myös pumppukaivot otetaan mukaan suljettuun kaasukiertoon. Suljettu kaasukierto tarkoittaa, että prosessiin kuuluvat laitteet varustetaan tarpeellisilla rakenteilla kuten kansirakenteilla kaasun talteenoton varmistamiseksi. Lisäksi keksinnön mukaista menetelmää käyttävä prosessi varustetaan kaasun siirtoon ja kierrätykseen tarvittavilla laitteilla kuten kiertoputkisto, ainakin yksi puhallin ja varastosäiliö. Kiertokaasun oikean happipitoisuuden määrittämiseksi menetelmää seurataan esimerkiksi mittaamalla hapen osuutta kiertokaasussa tai seuraamalla malmilietteen potentiaalia. Prosessissa käsiteltävän lietteen seuraamiseksi mineraalielektrodien, kiinteiden tai pulverimuotoisten pintojen tilan mittaamiseen prosessilietteessä käytetään potentiaalimittauksia, impedanssimittauksia, ultraääniherätteisiä tai potentiaalipulssiherätteisiä zeta-potentiaalimittauksia erikseen tai yhdessä prosessissa olevien tai siihen lisättävien reagenssipitoisuusmittausten kanssa. Mitattavia pintoja voivat myös olla prosessissa käytettävien laitteiden tai laitteiden osien omia pintoja.

10

15

20

25

30

Keksinnön mukaisesti voidaan käsiteltävässä lietteessä olevien mineraalien ylihapettuminen tai ylipelkistyminen estää mahdollisimman tarkoituksenmukaisella ja taloudellisesti edullisella tavalla. Useimmat kemialliset reaktiot, jotka eri prosessivaiheissa tapahtuvat, ovat käytännön kannalta katsoen palautumattomia. Kun muutos on kerran tapahtunut, ei ole teknistä menetelmää, jolla mineraalit saataisiin takaisin optimitilaan. Ylihapettumisen tai ylipelkistymisen välttämiseksi keksinnön mukainen lisäkaasun syöttö jaetaan eri prosessivaiheiden mukaan siten, että eri prosessivaiheisiin syötetään joko samaa lisäkaasua tai lisäkaasun hapen osapainetta muutetaan tarvittaessa eri prosessivaiheisiin syötettävien lisäkaasujen välillä. Näin mikäli mittausten perusteella on aiheellista, ainakin yhdessä prosessin osavaiheessa voidaan käyttää kiertokaasua, jonka hapettavan kaasun pitoisuus on pienempi kuin ilman happipitoisuus. Tällöin pelkistävänä kaasuna voidaan käyttää esimerkiksi rikkivetyä tai rikkidioksidia. Samoin mikäli on aiheellista, ainakin yhdes-

sä prosessin osavaiheessa voidaan käyttää kiertokaasua, jonka hapettavan kaasun pitoisuus on suurempi kuin ilman happipitoisuus.

5

10

15

20

Keksinnön mukaisesta suljetusta kaasukierrosta seuraa, että koko prosessi saadaan toimimaan taloudellisesti edullisella tavalla tekniikan tasoa alemmissa hapetuspotentiaaleissa. Näin on mahdollista saada mineraalien erotuksissa parempi selektiivisyys, ja mineraalien saanti-pitoisuus-käyrästöllä päästään uuteen toimintapisteeseen. Samalla reagenssikulut pienenevät ja prosessilaitteiston tuottavuus kasvaa. Lisäksi kaasujen kierrättämisessä voidaan käyttää hyödyksi arvomineraalien käsittelyprosessissa käytettävien potkurien tai muiden sekoituslaitteiden pyöriessään luontaisesti synnyttämää imua ja alipainetta. Samoin kaasujen kierrätyksen hyötysuhteen parantamiseksi voidaan käyttää edullisesti hyödyksi prosessissa tapahtuvaa luontaista hapettavien kaasujen köyhtymistä hapettavien kaasujen pitoisuuden säätämisessä.

Koska koko arvometalleja sisältävän lietteen käsittelyprosessi toimii suljetussa kaasukierrossa, tämä tarkoittaa sitä, että esimerkiksi hapen pitoisuus jauhatuksessa on matalammalla tasolla kuin normaalissa ilma-atmosfäärissä toimittaessa. Tämän seurauksena jauhatukseen käytettävän myllyn vuorausmateriaalien korroosio hidastuu, myllyssä käytettävien kuulien ja tankojen kulutus pienenee. Samoin myös muissa prosessin osavaiheissa voidaan huomata menetelmän edullisia vaikutuksia.

Vaahdotuksessa monista ratkaisevista tekijöistä vaahdon rakenne on ollut ja on yksi keskeisimpiä. Siinä viimeistään heijastuu käsiteltävästä raakaaineesta, kemikaaleista yms. riippuen vaahdotuskaasun mahdollisesti aiheuttamat ongelmat. Kun vaahdotusprosessissa käytetään kiertokaasuja keksinnön mukaisesti, voidaan vaahdon rakenne optimoida huomattavasti tehokkaammin. Vaahdon rakenteen optimointi voidaan tehdä vaiheesta toiseen vastaamaan mineraalien erotusselektiivisyyden ja mineraalien vaahdossa tapahtuvan siirron vaahdon rakenteelle, kuten mekaaniselle lujuudelle, aset-

tamia vaatimuksia. Näin tällöin myös raskaat mineraalit kuten jalometallit ja platinaryhmän mineraalit saadaan pysymään esimerkiksi löyhillä sidoksilla kiinni toisissaan olevissa partikkeleissa eli flokeissa, tai eri molekyylien muodostamissa flokeissa eli miselleissä ja samalla ominaispainoa pienennettyä hiilivetyjen avulla.

Käytettäessä keksinnön mukaista menetelmää prosessissa voidaan käyttää olosuhteiden mukaan säätäen voimakkaampia sekoituksia. Tämä taas merkitsee prosessissa lyhyempiä viiveitä, suurempia kapasiteetteja, alentuneita kustannuksia ilman, että saannit haluttuun faasiin pienevät. Keksinnön mukainen menetelmä sopii erikoisesti kuparipitoisten, nikkelipitoisten, sinkkipitoisten, kobolttipitoisten, lyijypitoisten, hopeapitoisten sekä platina- ja palladiumpitoisten malmien ja raaka-aineiden vaahdotukseen, sakeutukseen ja suodatukseen ja näihin liittyvään muuhun prosessointiin.

15

25

10

5

Keksintöä selostetaan seuraavassa esimerkissä vaahdotukseen liittyen.

Esimerkki

20 Prosessissa käsiteltävä malmi sisälsi sekä kuparisulfideja, kuten kalkopyriittiä CuFeS₂, borniitti Cu₅FeS₄, eri Cu_xS-faaseja että pyriittiä FeS₂.

Malmi jauhettiin seostettujen metallisten jauhinkappaleiden kanssa hienouteen 89,3 % alle 74 mikrometriä typpiatmosfäärissä, joka sisälsi 11% happea. Vaahdotus tehtiin keksinnön mukaisesti jauhatus- ja vaahdotuslaitteiden ympärille muodostetussa suljetussa kaasukierrossa tavanomaisia kokoojia eli ksantaattia ja dithiofosfaattia käyttäen 2 % happea sisältävällä typellä pH:ssa 10,8 Ca(OH)₂-lisäystä käyttäen.

Olosuhteet optimoitiin kalkopyriitin CuFeS₂ ja pyriitin FeS₂ sähkökemiallisten potentiaalien osalta niin, että E_{CuFeS2} oli alueella – 160 mV vs AgCl/Ag ja E_{FeS2} – 75 mV vs AgCl/Ag. Vaahdotusreagenssien annostelut optimoitiin

maksimoimalla hydrofobisuuserot impedanssianalyysin avulla kalkopyriitin ja pyriitin kesken.

Vaahdotuksessa kupariesirikasteen FeS₂-pitoisuudeksi saatiin 8,4 % ja silikaattipitoisuudeksi 4,7 %. Esirikasteen kertauksella edellämainitun kaltaisissa olosuhteissa lopullisen kuparirikasteen kuparisaanniksi malmista laskien tuli 93,5 % ja kuparirikasteen FeS₂-pitoisuudeksi 4,4 % sekä silikaattipitoisuudeksi 2,2 %.

5

Kun vastaava koe, samalla jauhatuksella, tehtiin tekniikan tason mukaisesti ilma-atmosfäärissä ilman vaahdotuslaitteiden ympärille muodostettua suljettua kaasukiertoa vaahdotuskaasuna ilmaa optimoiden CuFeS₂-potentiaali arvoon – 160 mV vs AgCl/Ag, kupariesirikasteen FeS₂ oli 15,6 % ja silikaattipitoisuus 6,8 %. Lopullisessa, ilmaa käyttäen kerratussa kuparirikasteessa FeS₂-pitoisuus oli 12,5 %, silikaattipitoisuus 4,7 % sekä kuparisaanti 88,6 %. Mainittakoon, että FeS₂-potentiaali kohosi selektiivisyyttä ajatellen liian korkeaksi.

Verrattaessa esimerkissä keksinnön mukaisessa ratkaisussa saatuja arvoja tekniikan tason mukaisessa ratkaisussa saatuihin arvoihin voidaan todeta, että kuparisaanti parani 4,9 %, silikaattipitoisuus pieneni yli 50 % ja pyriittipitoisuus 65 %. Tällöin kuparirikasteesta tuli puhtaampaa ja siten helpommin jatkokäsiteltävää.

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä hapen osapaineen säätämiseksi erotettaessa mineraaleja toisistaan arvomineraaleja sisältävästä lietteestä erotusprosessin eri prosessivaiheissa, tunnettu siitä, että hapen osapaineen säätämiseksi prosessin eri vaiheisiin syötettäviä kaasuja kierrätetään eri prosessivaiheissa käytettävien laitteiden ympärille muodostetussa olennaisesti suljetussa kaasukierrossa siten, että kaasun kierrätystä säädetään mittaamalla arvomineraaleja sisältävän lietteen potentiaalia.

10

15

20

5

- 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että prosessi varustetaan kaasun siirtoon ja kierrätykseen tarvittavilla laitteilla.
- 3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että prosessi varustetaan kiertoputkistolla, ainakin yhdellä puhaltimella ja varastosäiliöllä.
 - 4. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kaasujen kierrättämisessä käytetään hyödyksi eri prosessivaiheisiin asennettujen sekoituslaitteiden pyöriessään luontaisesti synnyttämää imua ja alipainetta.
 - 5. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että prosessissa tarvittavan lisäkaasun syöttö jaetaan eri prosessivaiheiden mukaan siten, että eri prosessivaiheisiin syötetään samaa lisäkaasua.

25

- 6. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että prosessissa tarvittavan lisäkaasun hapen osapainetta muutetaan eri prosessivaiheisiin syötettävien lisäkaasujen välillä.
- 7. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että hapen osapaineen säätämisessä tarvittava happilisäys aikaansaadaan ilmaa syöttämällä.

8. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen 1-6 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että hapen osapaineen säätämisessä tarvittava happilisäys aikaansaadaan happea syöttämällä.

5

- 9. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen 1-6 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että hapen osapaineen säätämisessä tarvittava happilisäys aikaansaadaan happirikastettua ilmaa syöttämällä.
- 10. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että hapettava kaasu sisältää otsonia (O₃).
 - 11. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnet- tu** siitä, että kiertokaasu sisältää pelkistävää kaasua.

15

- 12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kiertokaasu sisältää rikkivetyä.
- 13. Patenttivaatimuksen 11 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että kiertokaasu sisältää rikkidioksidia.
 - 14. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnet- tu** siitä, että prosessin jauhatusvaihe suljetaan kaasukiertoon.
- 15. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen 1-13 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että mineraalien erottamisessa toisistaan käytettävä vaahdotusvaihe suljetaan kaasukiertoon.
- 16. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen 1-13 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että mineraalien erottamisessa toisistaan käytettävä sakeutusvaihe suljetaan kaasukiertoon.

- 17. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen 1-13 menetelmä, **tunnettu** siitä, että mineraalien erottamisessa toisistaan käytettävä suodatusvaihe suljetaan kaasukiertoon.
- 18. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että arvomineraaleja sisältävän lietteen potentiaalia mitataan mineraalielektrodeilla.
- 19. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen 1-17 menetelmä, tunnettu siitä, että arvomineraaleja sisältävän lietteen potentiaalin mittauksessa käytetään hyväksi impedanssia.
- 20. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen 1-17 menetelmä, tunnettu siitä, että arvomineraaleja sisältävän lietteen potentiaalin käytetään hyväksi reagenssipitoisuuksia.